

G2F0006-070

PN - DE4239391 A 19930609  
 PD - 1993-06-09  
 PR - DE19924239391 19921124; DE19914139007 19911127  
 OPD - 1991-11-27

TI - Aluminium magnesium, titanium wear resistant rotor - comprises oxide ceramic layer with fluoro polymer, e.g. polytetrafluoroethylene for resistance to corrosion for turbo mol. pump  
 AB - The object comprises a base ( 1 ) made of Al, Mg, Ti, covered with a thin, adherent barrier layer ( 2 ), covered with a sintered dense oxide ceramic layer ( 3 ) on which is an oxide ceramic layer ( 4 ) having a wide mesh crosslinked capillary system which is filled with fluoro-polymer ( 5 ) (PTFE).  
 - USE/ADVANTAGE - Rotor of Al (alloy) is used for turbomolecular pump, an Al (alloy) turbo-supercharger for diesel- or benzine motors, an Al (alloy) component for a vacuum- or plastic technique, an Al (alloy) ultrasonic sonotrode, or an Al (alloy) roller for cork discharge. The prod. is resistant to corrosion and wear.

PA -  
 ICO - R02B3/06  
 EC - C04B41/48M2; F01D5/28F; F04D19/04; F04D29/02C  
 IC - B32B15/04; B32B18/00; B32B27/06; F04D19/04  
 CT - DE3343697 A1 [ ]; DE2605902 A1 [ ]; DE1621936 A [ ]; DE4124730 A [ ]

CTNP - [ ] In Betracht gezogene ältere Patentanmeldung: DE 41 24 730 A1  
 KURZE, P.: Anodische Oxidation unter Funkenentladung auf Metalloberflächen in wässrigen Elektrolyten - Grundlagen und Anwendungen. In: Dechema-Monographien, Bd. 121, VCH Verlagsgesellschaft 1990, S. 167-181;  
 - [ ] Z: Materials & Manufacturing Processes, 6 (1), 1991, S. 87-115  
 CWP/ICER/ENT

TI - Aluminium magnesium, titanium wear resistant rotor - comprises oxide ceramic layer with fluoro polymer, e.g. polytetrafluoroethylene for resistance to corrosion for turbo mol. pump  
 PR - DE19914139007 19911127  
 PN - CH690174 A5 20000531 DW200031 C04B41/48 000pp  
 - DE4239391 A1 19930609 DW199324 B32B15/04 006pp  
 - JP5261852 A 19931012 DW199345 B32B15/04 005pp  
 - US5487825 A 19960130 DW199611 C25D9/06 005pp  
 - DE4239391 C2 19961121 DW199651 B32B15/04 006pp  
 PA - (ELCE) ELECTRO CHEM ENG GMBH  
 IC - B32B1/06; B32B15/04; B32B18/00; B32B27/06; B32B27/30; C04B41/48; C25D9/06; C25D11/02; F01D5/28; F04D19/04  
 IN - KLETKE H; KURZE P  
 AB - DE4239391 The object comprises a base ( 1 ) made of Al, Mg, Ti, covered with a thin, adherent barrier layer ( 2 ), covered with a sintered dense oxide ceramic layer ( 3 ) on which is an oxide ceramic layer ( 4 ) having a wide mesh crosslinked capillary system which is filled with a fluoro-polymer ( 5 ) (PTFE).  
 - USE/ADVANTAGE - Rotor of Al (alloy) is used for turbomolecular pump, an Al (alloy) turbo-supercharger for diesel- or benzine motors, an Al (alloy) component for a vacuum- or plastic technique, an Al (alloy) ultrasonic sonotrode, or an Al (alloy) roller for corona discharge. The prod. is resistant to corrosion and wear.  
 - (Dwg. 1/1)

USAB- US5487825

- A method of mfg. an article of aluminum, magnesium, titanium or alloys of it, comprising: generating by a plasma-chemical anodic oxidation in a chloride-free electrolytic bath having a pH value of 2 to 8 a thin barrier layer tightly adhering to the metal, a sintered light oxide ceramic layer on the barrier layer and a wear-resistant upper oxide ceramic layer on the light oxide ceramic layer, the upper oxide ceramic layer having a thickness of from 40 to 150 microns and a wide-mesh linked capillary system, each capillary of the capillary system having a diameter; applying particles of a fluorine polymer to the upper oxide layer; and depositing the fluorine polymer into the capillary system by subsequently subjecting the article to alternating pressure conditions; the fluorine particles having a particle size which in at least one dimension is smaller than the dia. of the capillaries. (Dwg. 1/1)  
 - US5487825  
 - A method of mfg. an article of aluminum, magnesium, titanium or alloys of it, comprising: generating by a plasma-chemical anodic oxidation in a chloride-free electrolytic bath having a pH value of 2 to 8 a thin barrier layer tightly adhering to the metal, a sintered light oxide ceramic layer on the barrier layer and a wear-resistant upper oxide ceramic layer on the light oxide ceramic layer, the upper oxide ceramic layer having a thickness of from 40 to 150 microns and a wide-mesh linked capillary system, each capillary of the capillary system having a diameter; applying particles of a fluorine polymer to the upper oxide layer; and depositing the fluorine polymer into the capillary system by subsequently subjecting the article to alternating pressure conditions; the fluorine particles having a particle size which in at least one dimension is smaller than the dia. of the capillaries. (Dwg. 1/1)

OPD - 1991-11-27  
 AN - 1993-189612 [11]

**BEST AVAILABLE COPY**



①9 BUNDESREPUBLIK  
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES  
PATENTAMT

⑫ **Offenlegungsschrift**  
⑩ **DE 42 39 391 A 1**

⑤1 Int. Cl.<sup>5</sup>:  
**B 32 B 15/04**  
B 32 B 18/00  
B 32 B 27/06  
F 04 D 19/04  
// B32B 15/20,27/32

⑳ Aktenzeichen: P 42 39 391.4  
㉔ Anmeldetag: 24. 11. 92  
㉕ Offenlegungstag: 9. 6. 93

DE 42 39 391 A 1

③0 Innere Priorität: ③2 ③3 ③1  
27.11.91 DE 41 39 007.5

⑦1 Anmelder:  
Electro Chemical Engineering GmbH, Zug, CH

⑦4 Vertreter:  
Eggert, H., Dipl.-Chem. Dr., Pat.-Anw., 5000 Köln

⑦2 Erfinder:  
Erfinder wird später genannt werden

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

⑤4 Gegenstände aus Aluminium, Magnesium oder Titan mit einer mit Fluorpolymeren gefüllten Oxidkeramikschiicht und Verfahren zu ihrer Herstellung

DE 42 39 391 A 1

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Oxidkeramik-Fluorpolymer-Schichtverbunden auf Gegenständen aus Aluminium, Magnesium, Titanium oder deren Legierungen, insbesondere von Leichtmetall-Bauteilen, die in der Turbopumpen- und Turbinentechnik eingesetzt werden sowie die damit erhaltenen neuen Gegenstände.

Für schnelllaufende rotierende Teile, die mit korrosiv wirkenden Medien in Berührung kommen, wird auf Metalle zurückgegriffen, die entweder selbst chemisch sehr beständig aber damit teuer sind oder es werden Beschichtungsverfahren angewendet. Rotor und Stator von Turbomolekularpumpen, die bei Drehzahlen zwischen 25 000 und 60 000 U/min arbeiten, werden beispielsweise aus Leichtmetalllegierungen gefertigt und zum Schutz gegen Verschleiß- und Korrosionserscheinungen durch Gas-Feststoff-Flüssigkeits-Reaktionen in einem wäßrigen Elektrolyten anodisch oxidiert. Rotoren von Turbomolekularpumpen mit diesen Schutzschichten hatten bei dem Test, bei dem plasmaaktiviertes Chlor gepumpt wird zwar schon erheblich höhere Standzeiten als mit anderen Schutzschichten, genügten aber noch nicht vollständig den hohen Anforderungen unter den Betriebsbedingungen des Plasmaätzens von Aluminium oder Aluminiumlegierungen mit chlorhaltigen Gasen, das bei der Herstellung von Mikroelektronikteilen üblich ist.

Auch in der Luft- und Raumfahrttechnik werden vielfach Leichtmetalle eingesetzt, wie auch neuerdings Magnesium und Magnesiumlegierungen (Schriftenreihe Praxisforum 12/88: "Neue Werkstoffe und Oberflächenschichten bei Metallen und Polymeren in Entwicklung und Anwendung". N. Zeuner, G. Betz "Neue Magnesiumlegierungen für die Luftfahrt- und Automobilindustrie").

Es ist bekannt, auf sperrschichtbildenden Metallen oder deren Legierungen durch plasmachemische anodische Oxidation in wäßrig-organischen Elektrolyten Oxidkeramiksichten herzustellen. (P. Kurze; Dechema-Monographien Band 121 — VCH Verlagsgesellschaft 1990, Seite 167—180 mit weiteren Literaturhinweisen). Der Aufbau solcher Oxidkeramiksichten ist in der Abbildung schematisch dargestellt:

Auf dem Metall 1, z. B. Aluminium, befindet sich eine dünne festhaftende Sperrschicht 2, die etwa bis 1 µm dick, dicht und mit dem Grundmetall 1 sehr fest verbunden ist. Daran schließt sich eine aufgesinterte porenarme Oxidkeramiksicht 3 an. Weil die Schmelze der Oxidkeramiksicht 3 zum Elektrolyten hin schnell durch den Elektrolyten abgekühlt wird, hinterlassen die noch abwandernden Gase, insbesondere Sauerstoff und Wasserdampf, eine Oxidkeramiksicht 4 mit einem weitmaschig verknüpften Kapillarsystem. Aus raster-elektronenmikroskopischen Untersuchungen wurden Porendurchmesser von 0,1 µm bis 30 µm bestimmt (CERAMIC COATINGS BY ANODIC SPARK DEPOSITION G.P. Wirtz et al, MATERIALS & MANUFACTURING PROCESSES 6 (1), 87—115 (1991), insbesondere Fig. 12).

Diese bekannten Keramiksichten haben insgesamt Dicken bis maximal 30 µm, die für die meisten Verwendungen als Verschleiß- und Korrosionsschutzschichten unzureichend sind.

Mit Verbesserungen des Verfahrens der anodischen Oxidation unter Funkenentladung, die Gegenstand der gleichzeitig eingereichten Patentanmeldung der glei-

chen Anmelderin mit dem Titel "Verfahren zur Erzeugung von Oxidkeramiksichten auf sperrschichtbildenden Metallen" sind, gelingt es u. a. auch auf Aluminium, Magnesium, Titanium oder deren Legierungen Oxidkeramiksichten zu erzeugen, die wesentlich höhere Schichtdicken bis zu 150 µm haben und sehr abriebfest und korrosionsbeständig sind. Dieses Verfahren wird ausdrücklich in die Offenbarung der vorliegenden Patentanmeldung mit einbezogen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, für hochbelastete Bauteile aus Aluminium, Magnesium, Titanium oder deren Legierungen Schutzschichten zu schaffen, die auch unter extremen Bedingungen korrosionsbeständig und äußerst verschleißfest sind. Das gilt insbesondere für turbulent umströmte Leichtmetallbauteile, z. B. Rotoren von Pumpen mit hohen Drehzahlen wie Turbomolekularpumpen, Turbinenschaufeln, Turbolader, die Außenhaut von Flugzeugen und Raketen, aber auch für Spezialteile der Vakuumtechnik und der Plasmatechnik, Walzen für Koronaentladungen oder Ultraschallsonotroden.

Gelöst wird diese Aufgabe dadurch, daß man in die äußere Oxidkeramiksicht von Gegenständen aus Aluminium, Magnesium, Titanium oder deren Legierungen, die bereits in an sich bekannter Weise mit einer Oxidkeramiksicht mit einem weitmaschig verknüpften Kapillarsystem versehen wurden, Teilchen von Fluorpolymeren einbringt, die wenigstens in einer Dimension kleiner sind als der Durchmesser der Kapillaren und den Gegenstand mit vorgefüllten Kapillarsystem wechselnden Druckbedingungen aussetzt.

Vorzugsweise geschieht das mit Gegenständen, die nach dem oben erwähnten Verfahren der gleichzeitig eingereichten Patentanmeldung eine Oxidkeramiksicht einer Dicke von 40 bis 150, insbesondere 50 bis 120 µm erhalten haben.

Als Fluorpolymere eignen sich insbesondere die Polymeren und Copolymeren von Tetrafluorethylen, Hexafluorpropen, Vinylidenfluorid, Vinylfluorid und Trifluorchlorethylen. Für die Zwecke der Erfindung werden Polytetrafluorethylen (PTFE), Polyvinylidenfluorid (PVDF), Polyvinylfluorid (PVF), Polytrifluorchlorethylen (PCTFE) sowie TFE-Copolymere bevorzugt. Bezüglich der Handelsnamen und Einzelheiten der Herstellungsverfahren dieser Fluorpolymere wird auf Winnaker-Kühler, Chemische Technologie, 4. Aufl., Bd. 6, Abschnitt "Kunststoffe", 4.5 Fluorpolymere, S. 407—410 verwiesen.

Die in die äußere Oxidkeramiksicht einzubringen den Teilchen des Fluorpolymeren oder seiner Vorstufe liegen, sofern es sich nicht um Flüssigkeiten handelt, zweckmäßig als Lösung oder Suspension in einem geeigneten Lösemitteln, z. B. Wasser, vor. PTFE ist als wäßrige Dispersion mit Teilchen einer Größe von 0,2 bis 1 µm im Handel. Sofern Pulver oder Suspensionen in der für die Zwecke der Erfindung erforderlichen Teilchengröße nicht handelsüblich sind, lassen sie sich mit geeigneten Koloidmahlverfahren herstellen. Fluorpolymere werden üblicherweise durch Suspensions- oder Emulsionspolymerisation hergestellt. PTFE z. B. wird technisch durch radikalische Polymerisation von Tetrafluorethylen in vorwiegend wäßriger Flotte hergestellt, die auch das Katalysatorsystem enthält. Es ist möglich, die Teilchengröße der für die Zwecke der Erfindung erforderlichen Fluorpolymeren durch die Dauer der Polymerisation zu bestimmen und so zu begrenzen, daß die Polymerteilchen nicht größer werden als beispielsweise 10 bis 50 nm.

Der Anteil der Fluorpolymeren, insbesondere PTFE, in der Oxidkeramikschiicht ist umso größer je kleiner die Polymerpartikel sind. In der Praxis verwendet man daher eine Dispersion mit PTFE-Teilchen einer Größe von 0,1 bis 10  $\mu\text{m}$ , insbesondere 0,3 bis 5  $\mu\text{m}$ .

Das Einbringen der Teilchen von Fluorpolymeren in die Poren der Oxidkeramikschiicht geschieht in der Weise, daß der mit Oxidschiicht versehene Gegenstand in Gegenwart einer Dispersion der Teilchen des Fluorpolymeren oder seiner Vorstufe in einem geeigneten inerten Lösungsmittel wechselnden Druckbedingungen ausgesetzt wird. Hierfür eignet sich ein Imprägniersystem, bei dem zunächst mittels Vakuum die Luft aus dem Kapillarsystem der Oxidkeramikschiicht entfernt wird. Das kann in Gegenwart der genannten Polymer-Suspension oder -lösung erfolgen oder auch in der Weise, daß die evakuierte poröse Oxidkeramikschiicht im Vakuum den flüssigen Polymersystemen ausgesetzt wird. Unter Einwirkung des Vakuums dringen sie in die Poren ein und werden, nach dem das Vakuum aufgehoben ist, durch den atmosphärischen Druck in die Poren gepreßt und erreichen so auch die feinsten Verästelungen. Der Wechsel von Vakuum und Druck, der auch über den atmosphärischen Druck hinausgehen kann, wird erforderlichenfalls ein oder mehrmals wiederholt. Für dieses Einbringen der Teilchen von Fluorpolymeren in die Oxidkeramikschiicht der Gegenstände geeignete Vorrichtungen stehen z. B. in Form des Maldaner-Imprägniersystems zur Verfügung.

Wenn turbulent umströmte Leichtmetallbauteile erfindungsgemäß mit den Fluorpolymeren kraftschlüssig versiegelt werden sollen, lassen sich die Betriebsbedingungen mit ihren wechselnden Druckbedingungen für das Einbringen der Fluorpolymeren in das Kapillarsystem und deren Verdichtung nutzen. Hierzu bedarf es einer Vorversiegelungsstufe, in der die poröse Oxidkeramikschiicht mit dem Fluorpolymer getränkt wird. Anschließend erfolgt eine Endversiegelung, indem das Bauteil den Betriebsbedingungen der turbulenten Umströmung ausgesetzt wird. Das kann auch mit einem Schichtverbundsystem geschehen, das, wie oben beschrieben, bereits durch die Einwirkung wechselnder Druckbedingungen in geeigneten Vorrichtungen erhalten wurde.

Im Fall der Rotoren von Turbomolekularpumpen z. B. erfolgt die Endversiegelung im Turboraum der Pumpe, wo durch das Fehlen einer laminaren Unterschicht der Strömung ungewöhnlich hohe Polymolekularitätsparameter erreicht werden. Durch die Druckbedingungen im Turboraum werden Wasser und Gas aus der Oxidkeramikschiicht mit dem weitmaschig verknüpften Kapillarsystem entfernt und das bereits vorhandene Fluorpolymer kraftschlüssig verankert. Das Fließverhalten des Polymeren und seine mögliche Volumenzunahme wie beim PTFE tragen zur kraftschlüssigen Verankerung des Polymeren bei. PTFE eignet sich in diesem Fall besonders. Diese Endversiegelung des Oxidkeramik-Fluorpolymer-Schichtverbunds erfolgt durch die Injektorwirkung während der extrem wechselnden Druckverhältnisse und die punktuell hohen Energiedichten. Es zeigt sich in Schliffbildern und rasterelektronischmikroskopischen Aufnahmen, daß nach der Endversiegelung das Kapillarsystem des Oxidkeramik-Polymerschichtverbundes mit den Fluorpolymeren (5) ausgefüllt ist, wie das schematisch in Fig. 1 dargestellt ist.

Der mit dem erfindungsgemäßen Verfahren erhaltene Oxidkeramik-Polymerschichtverbund hat zum Metall hin eine hervorragende Haftung, ist korrosions- und

verschleißfest, vakuumstabil und weist eine ungewöhnlich hohe Biegewechselfestigkeit auf, die bei den gebräuchlich anodisch hergestellten Oxidschichten, z. B. Eloxalschichten, nicht gegeben ist.

Falls gewünscht, ist es möglich, nicht nur die äußere Oxidkeramikschiicht mit dem weitmaschig verknüpften Kapillarsystem mit dem Fluorpolymeren auszufüllen, sondern auch die äußere Oberfläche damit zu bedecken. Diese Schicht ist über die bis an die Oberfläche reichenden Kapillaren in der porösen Oxidkeramikschiicht verankert. Diese Deckschiicht aus dem Fluorpolymeren hat zweckmäßig eine Dicke bis zu 5  $\mu\text{m}$ , insbesondere von 0,5 bis 2  $\mu\text{m}$ .

Sofern die in die Poren oder die Kapillaren eingebrachten Fluorpolymere dort und in der oberflächlichen Beschichtung nicht schon als zusammenhängende Masse und oberflächlich als Kunststoffilm vorliegen, können sie nach den jeweils bekannten Techniken durch zumindest oberflächliches Erhitzen der Leichtmetallgegenstände gesintert oder, sofern sie thermoplastisch sind, miteinander verschmolzen werden.

Unter Einbeziehung des verbesserten Verfahrens zur anodischen Oxidation unter Funkenentladung nach der oben erwähnten gleichzeitig eingereichten Patentanmeldung stellt sich das Verfahren zum Aufbringen einer Oxidkeramikpolymerschicht auf Gegenstände aus Aluminium, Magnesium, Titanium oder deren Legierungen insgesamt in der Weise dar, daß der Gegenstand in einem chloridfreien Elektrolytbad mit einem pH-Wert von 2 bis 8 bei konstanter Stromdichte von mindestens 1 A/dm<sup>2</sup> plasmachemisch oxidiert wird, bis sich die Spannung auf einen Endwert einstellt. Dann werden Elektrolytreste aus der Oxidkeramikschiicht entfernt und anschließend werden in die obere Aluminium-Oxidkeramikschiicht mit dem weitmaschig verknüpften Kapillarsystem Teilchen von Fluorpolymeren, insbesondere PTFE, die wenigstens in einer Dimension kleiner sind als der Durchmesser der Kapillaren, eingebracht und der Gegenstand mit dem vorgefüllten Kapillarsystem wechselnden Druckbedingungen ausgesetzt.

In dem Spezialfall des Aufbringens einer Oxidkeramik-Polymerschicht auf einen Rotor für Turbomolekularpumpen wird der Rotor in einem chloridfreien Elektrolytbad mit einem pH-Wert von 7 bis 8 bei konstanter Stromdichte von mindestens 1 A/dm<sup>2</sup> plasmachemisch oxidiert bis sich die Spannung auf einen Endwert einstellt. Dann werden Elektrolytreste aus der Oxidkeramikschiicht entfernt und anschließend werden in die obere Aluminium-Oxidkeramikschiicht mit dem weitmaschig verknüpften Kapillarsystem Teilchen von Fluorpolymeren, insbesondere PTFE, die wenigstens in einer Dimension kleiner sind als der Durchmesser der Kapillaren, eingebracht und der Rotor mit dem mit PTFE gefüllten Kapillarsystem in der Turbomolekularpumpe den Betriebsbedingungen ausgesetzt.

Gegenstand der Erfindung sind auch Bauteile mit dem erfindungsgemäß hergestellten Oxidkeramik-Polymerschichtverbund, die sich dadurch auszeichnen, daß auf dem Metall (1) eine dünne festhaftende Sperrschicht (2) vorliegt, auf der sich eine gesinterte dichte Oxidkeramikschiicht (3) und darauf eine Oxidkeramikschiicht mit einem weitmaschig verknüpften Kapillar-System (4) befindet, das im wesentlichen mit Fluorpolymeren (5) gefüllt ist. In der Abbildung ist das schematisch dargestellt.

Gegenstand der Erfindung sind ferner Rotoren für Turbomolekularpumpen, Spezialteile der Vakuum- oder Plasmatechnik, Walzen für Koronaentladungen, Ultraschallsonotroden und die Außenhaut von Flugzeu-

gen oder Raketen jeweils aus Aluminium oder Aluminiumlegierungen mit diesem Aufbau des Oxidkeramik-Polymer Schichtverbunds.

Unter Aluminium und dessen Legierungen werden im Rahmen der vorliegenden Erfindung Reinstaluminium und die Legierungen AlMn; AlMnCu; AlMg1; AlMg1,5; E-AlMgSi; AlMgSi0,5; AlZnMgCu0,5; AlZnMgCu1,5; G-AlSi-12; G-AlSi5Mg; G-AlSi8Cu3; G-AlCu4Ti; G-AlCu4TiMg verstanden.

Für die Zwecke der Erfindung eignen sich ferner außer Reinstmagnesium insbesondere die Magnesiumgußlegierungen der ASTM-Bezeichnungen AS41, AM60, AZ61, AZ63, AZ81, AZ91, AZ92, HK31, QE22, ZE41, ZH62, ZK51, ZK61, EZ33, HZ32 sowie die Knetlegierungen AZ31, AZ61, AZ80, M1, ZK60, ZK40.

Des weiteren lassen sich Reintitanium oder auch Titanlegierungen wie TiAl6V4; TiAl5Fe2,5 u. a. einsetzen.

#### Beispiel 1

Ein Rotor einer Turbomolekularpumpe aus einer Metalllegierung (1) AlMgSi1 mit einer Oberfläche von 25 dm<sup>2</sup> wird entfettet, 30 s in 10%iger NaOH bei Raumtemperatur gebeizt und in destilliertem Wasser gespült. Anschließend wird der Rotor in einem chloridfreien Elektrolytbad, das einen pH-Wert von 7,6 und die folgende Zusammensetzung hat,

0,13 mol/l Natriumionen  
0,28 mol/l Ammoniumionen  
0,214 mol/l Phosphationen  
0,238 mol/l Borationen  
0,314 mol/l Fluoridionen  
0,6 mol/l Hexamethylentetramin

bei einer Stromdichte von 4 A/dm<sup>2</sup> und einer Elektrolyttemperatur von 12°C ± 2°C bis zu einem sich von selbst einstellenden Spannungsendwert von 253 V 40 min lang mittels plasmachemischer anodischer Oxidation beschichtet und anschließend intensiv mit destilliertem Wasser gespült. Die aufgesinterte porenarme Oxidkeramikschiicht (3) ist 10 µm und die Oxidkeramikschiicht mit dem weitmaschig verknüpften Kapillarsystem (4) 28 µm stark.

Der jetzt so behandelte Rotor wird mit Polymer (5) vorversiegelt. Dazu wird er in eine wäßrige anionische PTFE-Dispersion mit einer Teilchengröße von 0,3 µm unter Bewegung 1 min getaucht. Anschließend wird mit fließend heißem Wasser (90°C) abgespült und warmluftgetrocknet.

Der vorversiegelte Rotor wird bei einer Maximalumdrehungszahl von 60 000 U/min in einem Ätzer eingesetzt. Die Endversiegelung ist nach ca. 10 h beendet. Die Standzeit des nach dem erfindungsgemäßen Verfahren behandelten Rotors erhöht sich um mehr als auf das 4fache gegenüber einem Rotor, der nur mit einem vorbekannten anodischen plasmachemischen Verfahren eine Oxidkeramikschiicht erhalten hat.

#### Beispiel 2

Die Oberfläche einer Walze aus der Legierung AlMgSi1 mit einem Durchmesser von 150 mm und einer Länge von 400 mm wird im Elektrolyten von Beispiel 1 bei einer Stromdichte von 2 A/dm<sup>2</sup> plasmachemisch anodisch oxidiert. Die Schichtdicke der Oxidkeramikschiicht beträgt 50 µm. Anschließend wird die beschichtete Walze mit destilliertem Wasser gespült, um die

Elektrolytreste zu entfernen. Die noch feuchte plasmachemisch anodisch oxidierte Walze wird in einer wäßrigen PTFE-Dispersion mit einer Teilchengröße der PTFE-Teilchen von 1 bis 5 µm 5 Minuten bei Raumtemperatur getränkt, anschließend mit Wasser gespült und getrocknet. Die Walze wird im technologischen Prozeß Koronaentladungen ausgesetzt. Die mit PTFE getränkte Keramikschiicht ist gegenüber Koronaentladungen stabil.

#### Beispiel 3

Ein Verdichterrad aus der Legierung AlCu2Mg1,5 Ni-Fe mit einer Oberfläche von 100 dm<sup>2</sup> wird im Elektrolyten wie in Beispiel 1 beschrieben bei 1 A/dm<sup>2</sup> plasmachemisch anodisch oxidiert. Die Schichtdicke der Oxidkeramikschiicht beträgt 45 µm.

Anschließend wird mit destilliertem Wasser gespült, um die Elektrolytreste zu entfernen. Das noch feuchte plasmachemisch anodisch oxidierte Verdichterrad wird in einer wäßrigen PTFE-Dispersion (Teilchengröße 1 µm bis 5 µm) 5 Minuten bei Raumtemperatur getränkt, anschließend mit Wasser gespült und getrocknet. Die Standzeit des Verdichterrades erhöhte sich um den Faktor 4 im Vergleich zu anderen konventionellen Beschichtungen.

#### Beispiel 4

Eine Ultraschallsonotrode aus AlZnMgCu1,5 mit einer Oberfläche von 6,4 dm<sup>2</sup> wird entfettet und anschließend mit destilliertem Wasser gespült.

Die so behandelte Ultraschallsonotrode wird in einem wäßrig/organischen chloridfreien Elektrolytbad gemäß Beispiel 1 bei einer Stromdichte von 3,5 A/dm<sup>2</sup> und einer Elektrolyttemperatur von 15°C plasmachemisch anodisch oxidiert. Nach einer Beschichtungszeit von 25 Minuten wird der Spannungsendwert von 250 Volt erreicht.

Die keramisierte Ultraschallsonotrode wird mit Wasser gespült und im nassen Zustand in eine wäßrige PTFE Dispersion mit einer mittleren Teilchengröße von 0,3 µm dreimal 1 Minute getaucht und jeweils mit heißem Wasser (60°C) zwischengeschpült. Anschließend wird mit fließend heißem Wasser (60°C) abgespült und warmluftgetrocknet.

Die Schichtdicke der mit Fluorpolymer gefüllten Oxidkeramikschiicht beträgt 30 µm. Die Ultraschallsonotrode zeigt bei Einsatz keine Ribbildung in der Oxidkeramikschiicht so wie es vergleichbar mit aufgetragten Eloxalschichten erwiesen ist.

#### Patentansprüche

1. Gegenstand aus Aluminium, Magnesium, Titanium oder deren Legierungen, **gekennzeichnet durch** eine dünne festhaftende Sperrschicht (2) auf dem Metall (1), auf der sich eine gesinterte dichte Oxidkeramikschiicht (3) und darauf eine Oxidkeramikschiicht mit einem weitmaschig verknüpften Kapillarsystem (4) befindet, das im wesentlichen mit Fluorpolymeren (5) gefüllt ist.
2. Gegenstand nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Fluorpolymere Polytetrafluorethylen (PTFE) ist.
3. Gegenstand nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Oxidkeramikschiicht eine Dicke von 40 bis 150 µm, vorzugsweise 50 bis

120 µm hat.

4. Gegenstand nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Oberfläche der Oxidkeramikschi-  
cht (4) mit einer Schicht des Fluorpolymeren bedeckt ist, die mit dem Fluorpolymeren in den äußeren Kapillaren verbunden und in den Kapillaren verankert ist. 5

5. Gegenstand nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß er ein Rotor aus Aluminium oder Aluminiumlegierungen für Turbomolekularpumpen ist. 10

6. Gegenstand nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß er ein Turbolader aus Aluminium oder Aluminiumlegierungen für Dieselmotoren oder Benzinmotoren ist. 15

7. Gegenstand nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß er ein Bauteil der Vakuum- oder Plasmatechnik aus Aluminium oder Aluminiumlegierungen ist.

8. Gegenstand nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß er eine Walze für Koronaentladungen aus Aluminium oder Aluminiumlegierungen ist. 20

9. Gegenstand nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß er eine Ultraschallsonotrode aus Aluminium oder Aluminiumlegierungen ist. 25

10. Verfahren zur Herstellung von Gegenständen nach einem der Ansprüche 1 bis 9, dadurch gekennzeichnet, daß man in die obere Oxidkeramikschi-  
cht mit einem weitmaschig verknüpften Kapillarsystem einer Oxidkeramikschi-  
cht auf Gegenständen aus Aluminium, Magnesium, Titanium oder deren Legierungen, Teilchen von Fluorpolymeren einbringt, die in einer Dimension kleiner sind als der Durchmesser der Kapillaren, und den Gegenstand mit dem so gefüllten Kapillarsystem wechselnden Druckbedingungen aussetzt. 30 35

11. Verfahren nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Oxidkeramikschi-  
cht durch plasmachemische Oxidation der Gegenstände in einem chloridfreien Elektrolytbad mit einem pH-Wert von 2 bis 8 bei konstanter Stromdichte von mindestens 1 A/dm<sup>2</sup> bis zur Einstellung der Spannung auf einen Endwert erzeugt wurde. 40 45

12. Verfahren zum Aufbringen einer Oxidkeramik-Polymer-Schicht auf einen Rotor aus Aluminium oder Aluminiumlegierung für Turbomolekularpumpen, dadurch gekennzeichnet, daß der Rotor in einem chloridfreien Elektrolytbad mit einem pH-Wert von 7 bis 8 bei konstanter Stromdichte von mindestens 1 A/dm<sup>2</sup> plasmachemisch oxidiert wird, bis sich die Spannung auf einen Endwert einstellt, daß Elektrolytreste aus der Oxidkeramikschi-  
cht entfernt werden und daß anschließend in die obere Aluminium-Oxidkeramikschi-  
cht mit dem weitmaschig verknüpften Kapillarsystem Teilchen von Fluorpolymeren eingebracht werden, die wenigstens in einer Dimension kleiner sind als der Durchmesser der Kapillaren, und daß der Rotor mit dem mit PTFE gefüllten Kapillarsystem in der Turbomolekularpumpe den Betriebsbedingungen ausgesetzt wird. 50 55 60

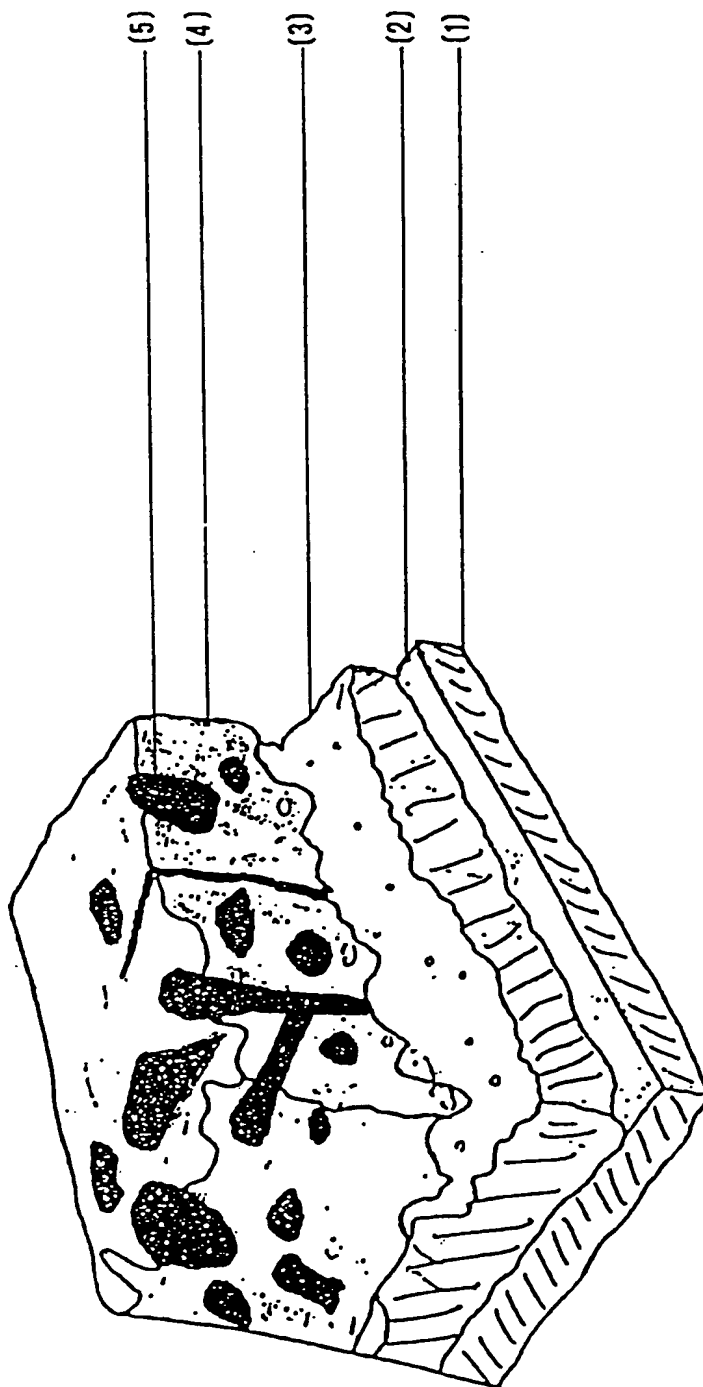


Fig.1